

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号
特開2001-189211
(P2001-189211A)

(43)公開日 平成13年7月10日(2001.7.10)

(51)Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テーマコード*(参考)
H 0 1 F 1/22		H 0 1 F 1/22	5 E 0 4 1
C 2 2 C 45/02		C 2 2 C 45/02	A
H 0 1 F 41/02		H 0 1 F 41/02	D

審査請求 未請求 請求項の数10 書面 (全 16 頁)

(21)出願番号	特願平11-377328	(71)出願人	000010098 アルプス電気株式会社 東京都大田区雪谷大塚町1番7号
(22)出願日	平成11年12月28日(1999.12.28)	(72)発明者	吉田 昌二 東京都大田区雪谷大塚町1番7号 アルプス電気株式会 社内
		(72)発明者	水嶋 隆夫 東京都大田区雪谷大塚町1番7号 アルプス電気株式会 社内
		(74)代理人	100064908 弁理士 志賀 正武 (外7名)

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 圧粉磁心及び圧粉磁心の製造方法

(57)【要約】

【課題】 保磁力が低く、軟磁気特性に優れた圧粉磁心及びその製造方法を提供する。

【解決手段】 $\Delta T_x = T_x - T_g$ (ただし T_x は結晶化開始温度、 T_g はガラス遷移温度を示す。) の式で表される過冷却液体の温度間隔 ΔT_x が 20 K 以上の非晶質相を主相とする金属ガラス合金の粉末と、絶縁材とが混合され、成形されてなることを特徴とする圧粉磁心を採用する。尚、上記金属ガラス合金は、Al が 1～10 原子%、Ga が 0.5～4 原子%、P が 1.5 原子%以下、C が 7 原子%以下、B が 2～10 原子%、Si が 1.5 原子%以下の範囲であり、残部が Fe からなるものが好ましい。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 $\Delta T_x = T_x - T_g$ (ただし T_x は結晶化開始温度、 T_g はガラス遷移温度を示す。) の式で表される過冷却液体の温度間隔 ΔT_x が20 K以上の非晶質相を主相とする金属ガラス合金の粉末と、絶縁材とが混合され、成形されてなることを特徴とする圧粉磁心。

【請求項2】 前記金属ガラス合金の比抵抗が $1.5 \mu\Omega \cdot m$ 以上であることを特徴とする請求項1記載の圧粉磁心。

【請求項3】 保磁力が80 A/m以下であることを特徴とする請求項1または請求項2に記載の圧粉磁心。

【請求項4】 保磁力が40 A/m以下であることを特徴とする請求項1または請求項2に記載の圧粉磁心。

【請求項5】 前記金属ガラス合金が、下記の組成で表されるものであることを特徴とする請求項1ないし請求項4のいずれかに記載の圧粉磁心。

Al: 1~10原子%

Ga: 0.5~4原子%

P: 15原子%以下

C: 7原子%以下

B: 2~10原子%

Si: 15原子%以下

Fe: 残部

【請求項6】 $\Delta T_x = T_x - T_g$ (ただし T_x は結晶化開始温度、 T_g はガラス遷移温度を示す。) の式で表される過冷却液体の温度間隔 ΔT_x が20 K以上の非晶質相を主相とする金属ガラス合金の粉末を製造する粉末製造工程と、

前記の金属ガラス合金の粉末に絶縁材を加えて混合し、この混合物を圧縮成形して磁心前駆体を形成する成形工程と、

前記磁心前駆体を、 $(T_g - 170)$ K以上 (T_g) K以下の温度で熱処理して前記磁心前駆体の内部応力を除去する熱処理工程とを具備してなることを特徴とする圧粉磁心の製造方法。

【請求項7】 前記熱処理工程において、前記磁心前駆体を、 $(T_g - 170)$ K以上 $(T_g - 50)$ K以下の温度で熱処理することを特徴とする請求項6に記載の圧粉磁心の製造方法。

【請求項8】 前記熱処理工程において、前記磁心前駆体を、 $(T_g - 150)$ K以上 $(T_g - 50)$ K以下の温度で熱処理することを特徴とする請求項6に記載の圧粉磁心の製造方法。

【請求項9】 前記熱処理工程において、前記磁心前駆体を、 $(T_g - 120)$ K以上 $(T_g - 60)$ K以下の温度で熱処理することを特徴とする請求項6に記載の圧粉磁心の製造方法。

【請求項10】 前記金属ガラス合金が、下記の組成で表されるものであることを特徴とする請求項6ないし

請求項9のいずれかに記載の圧粉磁心の製造方法。

Al: 1~10原子%

Ga: 0.5~4原子%

P: 15原子%以下

C: 7原子%以下

B: 2~10原子%

Si: 15原子%以下

Fe: 残部

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、圧粉磁心及び圧粉磁心の製造方法に関するものであり、特に、保磁力が低く低損失の圧粉磁心及びその製造方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】スイッチング電源用トランスコアや平滑チョークコア等の高周波まで一定の透磁率が必要とされる磁心部品に用いられる磁心は、フェライトの開磁路型あるいはギャップ付の磁心、またはアモルファス合金薄帯を巻回した磁心にギャップを形成した磁心が提案されている。また、カーボニル鉄、パーマロイ、センダスト等の粉末と絶縁材を混合して成形した圧粉磁心も提案されている。

【0003】ところが、フェライトの焼結磁心は、コアロスが小さいものの飽和磁束密度が小さく、開磁路型やギャップ付の磁心ではギャップ部からの漏洩磁束が周囲の電気回路に悪影響を与えるという欠点があった。また、カーボニル鉄、パーマロイ、センダスト等の粉末を用いた圧粉磁心は、飽和磁束密度がフェライトより優れるもののコアロスが大きいという欠点があった。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】従来の圧粉磁心のコアロスが大きくなる原因としては、磁性粉に用いる磁性材料のコアロスが大きいことと、圧粉磁心を成形する際にかかる応力を十分に緩和できないことが原因であった。

【0005】本発明は、上記事情に鑑みてなされたものであって、保磁力が低く、コアロスが低い圧粉磁心及びその製造方法を提供することを目的とする。

【0006】

【課題を解決するための手段】上記の目的を達成するために、本発明は以下の構成を採用した。本発明の圧粉磁心は、 $\Delta T_x = T_x - T_g$ (ただし T_x は結晶化開始温度、 T_g はガラス遷移温度を示す。) の式で表される過冷却液体の温度間隔 ΔT_x が20 K以上の非晶質相を主相とする金属ガラス合金の粉末と、絶縁材とが混合され、成形されてなることを特徴とする。また、本発明の圧粉磁心においては、前記金属ガラス合金の比抵抗が $1.5 \mu\Omega \cdot m$ 以上であることが好ましい。

【0007】また上記金属ガラス合金は、Alが1~10原子%、Gaが0.5~4原子%、Pが15原子%以

10

20

30

40

50

下、Cが7原子%以下、Bが2～10原子%、Siが15原子%以下の範囲であり、残部がFeからなるものが好ましい。本発明の圧粉磁心は、上記のFe基金属ガラス合金の粉末から構成されており、このFe基金属ガラス合金はCo基金属ガラス合金よりも飽和磁束密度が高いので、圧粉磁心の磁気特性をより向上することが可能になる。

【0008】Pの添加量は、5～12原子%の範囲がより好ましく、7～12原子%の範囲が特に好ましい。更にCの添加量は、2～7原子%の範囲がより好ましく、5～7原子%の範囲が特に好ましい。そしてSiの添加量は、0.5～15原子%の範囲がより好ましく、0.5～4原子%の範囲が特に好ましい。

【0009】また、金属ガラス合金の別の例として、Alが1～10原子%、Gaが0.5～4原子%、Pが15原子%以下、Cが7原子%以下、Bが2～10原子%の範囲であり、残部がFeからなる金属ガラス合金であっても良い。

【0010】上記の絶縁材としては、エポキシ樹脂、シリコン樹脂、PVA（ポリビニルアルコール）等の有機物や、水ガラス、酸化物ガラス粉末、ゾルゲル法により生成するガラス状物質等のいずれか、あるいはこれらの混合物を用いることができる。また、絶縁とともに潤滑材の役割を果たすステアリン酸亜鉛、ステアリン酸カルシウム等のステアリン酸塩を同時に用いることもできる。混合する絶縁材の混合率は、1重量%～5重量%の範囲が好ましい。また、上記金属ガラス合金の粉末の粒径は45 μ m以上300 μ m以下の範囲が好ましい。

【0011】上記の圧粉磁心においては、前記金属ガラス合金の粉末と前記絶縁材とが混合されて成形されているので、絶縁材によって圧粉磁心全体の比抵抗を高くすることができ、過電流損失を低減して圧粉磁心のコアロスを低くすることが可能になるとともに、高周波数帯での透磁率の低下を抑制することが可能になる。また上記の圧粉磁心によれば、比抵抗が1.5 $\mu\Omega\cdot m$ 以上の金属ガラス合金を用いているので、高周波における金属ガラス合金粒子内の過電流損失が低減され、よりコアロスが低い圧粉磁心を構成することが可能になる。更に上記の圧粉磁心によれば、過冷却液体の温度間隔 ΔT_x を有する金属ガラス合金を含んでなり、この金属ガラス合金は結晶化温度よりも十分低い温度の熱処理により磁心前駆体の内部応力を緩和あるいは除去できるので、保磁力が低い圧粉磁心を構成することが可能になる。

【0012】また、本発明の圧粉磁心は、保磁力が80A/m以下であることが好ましく、40A/m以下であることがより好ましい。

【0013】本発明の圧粉磁心は保磁力が80A/m以下であり、従来から知られている種々の圧粉磁心よりも保磁力が大幅に低い。このような低い保磁力を得るには、上述のように過冷却液体領域の温度間隔を有する金

属ガラス合金を用いることや、圧粉磁心が高密度であることに加えて、圧粉磁心の内部応力を除去することが必要である。従って、本発明の圧粉磁心は、内部応力を除去するための熱処理がなされたものであることが好ましい。

【0014】次に本発明の圧粉磁心の製造方法は、 $\Delta T_x = T_x - T_g$ （ただし T_x は結晶化開始温度、 T_g はガラス遷移温度を示す。）の式で表される過冷却液体の温度間隔 ΔT_x が20K以上の非晶質相を主相とする金属ガラス合金の粉末を製造する粉末製造工程と、前記の金属ガラス合金の粉末に絶縁材を加えて混合し、この混合物を圧縮成形して磁心前駆体を形成する成形工程と、前記磁心前駆体を、 $(T_g - 170)$ K以上 (T_g) K以下の温度で熱処理して前記磁心前駆体の内部応力を除去あるいは緩和する熱処理工程とを具備してなることを特徴とする。前記金属ガラス合金は、比抵抗が1.5 $\mu\Omega\cdot m$ 以上のものであることが好ましい。また、圧縮成形する前に混合物に含まれる溶剤、水分等を蒸発させ、金属ガラス合金粉末の表面に絶縁材層を形成させることが望ましい。

【0015】また上記金属ガラス合金は、Alが1～10原子%、Gaが0.5～4原子%、Pが15原子%以下、Cが7原子%以下、Bが2～10原子%、Siが15原子%以下の範囲であり、残部がFeからなるものが好ましい。

【0016】Pの添加量は、5～12原子%の範囲がより好ましく、7～12原子%の範囲が特に好ましい。更にCの添加量は、2～7原子%の範囲がより好ましく、5～7原子%の範囲が特に好ましい。そしてSiの添加量は、0.5～15原子%の範囲がより好ましく、0.5～4原子%の範囲が特に好ましい。

【0017】また、金属ガラス合金の別の例として、Alが1～10原子%、Gaが0.5～4原子%、Pが15原子%以下、Cが7原子%以下、Bが2～10原子%の範囲であり、残部がFeからなる金属ガラス合金であっても良い。

【0018】上記の絶縁材としては、エポキシ樹脂、シリコン樹脂、PVA（ポリビニルアルコール）等の有機物や、水ガラス、酸化物ガラス粉末、ゾルゲル法により生成するガラス状物質等のいずれか、あるいはこれらの混合物を用いることができる。また、絶縁とともに潤滑材の役割を果たすステアリン酸亜鉛、ステアリン酸カルシウム等のステアリン酸塩を同時に用いることもできる。混合する絶縁材の混合率は、1重量%～5重量%の範囲が好ましい。また、上記金属ガラス合金の粉末の粒径は45 μ m以上300 μ m以下の範囲が好ましい。

【0019】上記の圧粉磁心の製造方法によれば、磁心前駆体を $(T_g - 170)$ K以上 (T_g) K以下の温度範囲で熱処理するため、粉末製造工程や成形工程にて生じた金属ガラス合金または磁心前駆体の内部応力を除去

あるいは緩和するとともに金属ガラス合金の結晶化を防ぐことができるので、保磁力が低い圧粉磁心を製造することが可能になる。また、本発明の圧粉磁心の製造方法においては、前記磁心前駆体を、 $(T_g - 170)$ K以上 $(T_g - 50)$ K以下の温度で熱処理することがより好ましい。この温度範囲で熱処理すると、例えば保磁力が 100 A/m 以下の圧粉磁心を得ることができる。

【0020】また、本発明の圧粉磁心の製造方法においては、前記磁心前駆体を、 $(T_g - 150)$ K以上 $(T_g - 50)$ K以下の温度で熱処理することがより好ましい。この温度範囲で熱処理すると、例えば保磁力が 80 A/m 以下の圧粉磁心を得ることができる。

【0021】また、前記磁心前駆体を、 $(T_g - 120)$ K以上 $(T_g - 60)$ K以下の温度で熱処理することが更に好ましい。この温度範囲で熱処理すると、例えば保磁力が 40 A/m 以下の圧粉磁心を得ることができる。

【0022】

【発明の実施の形態】以下、本発明の実施の形態を図面を参照して説明する。本発明の圧粉磁心は、比抵抗が $1.5 \mu\Omega \cdot \text{m}$ 以上であって、 $\Delta T_x = T_x - T_g$ （ただし T_x は結晶化開始温度、 T_g はガラス遷移温度を示す。）の式で表される過冷却液体の温度間隔 ΔT_x が 20 K 以上である非晶質相を主相とする金属ガラス合金の粉末と、絶縁材とが混合され、これらが成形されてなるものである。

【0023】この圧粉磁心の形状は、例えば図1に示すように、円環状の磁心1を例示できるが、形状はこれに限られず、長円環状や楕円環状であっても良い。また平面視略E字状、平面視略コ字状、平面視略I字状等であっても良い。

【0024】この圧粉磁心は、金属ガラス合金の粉末が絶縁材によって結着されてなるもので、組織中に金属ガラス合金の粉末が存在した状態となっており、金属ガラス合金の粉末が溶解して均一な組織を構成しているものではない。また、金属ガラス合金の粉末は、粉末を構成する個々の粒子が絶縁材によって絶縁されていることが好ましい。このように、圧粉磁心には金属ガラス合金の粉末と絶縁材とが混合されて存在するので、絶縁材によって圧粉磁心自体の比抵抗が大きくなり、渦電流損失が低減されて高周波領域における透磁率の低下が小さくなる。

【0025】また、金属ガラス合金の過冷却液体の温度間隔 ΔT_x が 20 K 未満であると、金属ガラス合金の粉末と絶縁材とを混合して圧縮成形した後に行う熱処理時に、結晶化させずに十分に内部応力を緩和させることが困難になる。 ΔT_x が 20 K 以上であると、熱処理温度を下げることができ、絶縁材の分解を防止し、絶縁材による損失を抑えることができる。

【0026】特に本発明の圧粉磁心は、保磁力が 80 A

m 以下であることが好ましく、 40 A/m 以下であることがより好ましい。

【0027】本発明の圧粉磁心を構成する絶縁材は、圧粉磁心の比抵抗を高めるとともに、金属ガラス合金の粉末を結着して圧粉磁心の形状を保持するもので、磁気特性に大きな損失とならない材料からなることが好ましく、例えば、エポキシ樹脂、シリコン樹脂、フェノール樹脂、尿素樹脂、メラミン樹脂、PVA（ポリビニルアルコール）等の有機物や、水ガラス $(\text{Na}_2\text{O}-\text{SiO}_2)$ 、酸化物ガラス粉末 $(\text{Na}_2\text{O}-\text{B}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2)$ 、 $\text{PbO}-\text{B}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ 、 $\text{PbO}-\text{BaO}-\text{SiO}_2$ 、 $\text{Na}_2\text{O}-\text{B}_2\text{O}_3-\text{ZnO}$ 、 $\text{CaO}-\text{BaO}-\text{SiO}_2$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3-\text{B}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ 、 $\text{B}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ ）、ゾルゲル法により生成するガラス状物質 (SiO_2) 、 Al_2O_3 、 ZrO_2 、 TiO_2 等を主成分とするもの）等を挙げることができる。また、絶縁とともに潤滑材の役割を果たすステアリン酸塩（ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸カルシウム、ステアリン酸バリウム、ステアリン酸マグネシウム、ステアリン酸アルミニウム等）を同時に用いることもできる。

【0028】また、本発明の圧粉磁心を構成する金属ガラス合金の粉末は、比抵抗が $1.5 \mu\Omega \cdot \text{m}$ 以上であって、 $\Delta T_x = T_x - T_g$ （ただし T_x は結晶化開始温度、 T_g はガラス遷移温度を示す。）の式で表される過冷却液体の温度間隔 ΔT_x が 20 K 以上の非晶質相を主相とするもので、金属ガラス合金の薄帯が粉砕されて得られたもの、金属ガラス合金の溶湯を回転する冷却ロールに霧状に吹き付けて冷却して得られたもの、金属ガラス合金の溶湯を高圧ガスとともに霧状に吹き出して冷却して得られたもの、あるいは金属ガラス合金の溶湯を水中に霧状に吹き出して冷却して得られたものなどであり、保磁力が低く、軟磁気特性に優れたものである。

【0029】またこの金属ガラス合金は、組成によっては ΔT_x が 40 K 以上、さらには 50 K 以上という顕著な温度間隔を有し、比抵抗が $1.5 \mu\Omega \cdot \text{m}$ 以上を有しており、これまでの知見から知られる他の合金からは全く予期されないものであり、室温で優れた軟磁気特性を有しており、これまでの知見に見られない全く新規なものである。

【0030】また、本発明に係る金属ガラス合金において、過冷却液体の温度間隔 ΔT_x は溶湯が液体構造を維持したまま原子振動のみが生じている状態であり、この過冷却液体の温度間隔 ΔT_x の存在が、金属ガラス合金において原子の移動の起こり難い、即ち結晶化しにくい性質を表している。過冷却液体の温度間隔 ΔT_x の大きな金属ガラス合金は溶湯を冷却する際に、原子の移動が起こり難いので、熔融状態の溶湯が固化される際に経る過冷却液体状態が非常に広くなる。従って、冷却速度が比較的遅くても十分に非晶質相を形成することが可能であり、例えば、比較的冷却速度が高い単ロール法などの

液体急冷法等により得られる金属ガラス合金の薄帯のほか、鑄造法等によって得られる金属ガラス合金のバルク体等を粉砕することによっても、非晶質相を主相とする金属ガラス合金の粉末が得られる。

【0031】本発明の圧粉磁心に好適に用いられる金属ガラス合金の一例として、Feを主成分とし、他の金属と半金属とを含有したものを挙げることができる。このうち半金属元素としては、PとSiが必ず用いられ、しかもC、B、Geのうちの少なくとも1種以上の元素が用いられる。このとき原子%におけるSiとPの比率は、 $0 < \text{Si} / (\text{Si} + \text{P}) \leq 0.4$ を満たしており、好ましくは $0.1 < \text{Si} / (\text{Si} + \text{P}) \leq 0.35$ であり、より好ましくは $0.11 < \text{Si} / (\text{Si} + \text{P}) \leq 0.28$ である。他の金属とは、IIIB族及びIVB族の金属元素のうちの少なくとも1種のものが好適に用いられる。例えば、Al、Ga、In及びSnのうちの少なくとも1種以上の元素が用いられる。

【0032】より具体的に例示すると、Al:1~10原子%、Ga:0.5~4原子%、P:15原子%以下、C:7原子%以下、B:2~10原子%、Si:15原子%以下、Fe:残部であって、不可避不純物が含有されていても良い金属ガラス合金が挙げられる。また、別の具体例として、Al:1~10原子%、Ga:0.5~4原子%、P:15原子%以下、C:7原子%以下、B:2~10原子%、Fe:残部であって、不可避不純物が含有されていても良い金属ガラス合金を挙げることができる。

【0033】このようにFe-Al-Ga-P-C-B系の金属ガラスにSiを15原子%以下添加することにより、過冷却液体の温度間隔 ΔT_x を向上させ、非晶質相を主相とする金属ガラス合金が得られる。さらに、SiのPに対する添加比率が $0 < \text{Si} / (\text{Si} + \text{P}) \leq 0.4$ を満たすようにすることにより、過冷却液体の温度間隔 ΔT_x を向上させ、非晶質相を容易に形成させることができるその結果、室温で優れた軟磁気特性を有する金属ガラス合金を得ることができる。

【0034】Siの含有量が多すぎると過冷却液体領域 ΔT_x が消滅するので、15原子%以下が好ましい。また、より大きな過冷却液体の温度間隔 ΔT_x を得るには、Siの添加量が原子%で0.5%~15%の範囲であることが好ましく、0.5~4%の範囲であることがより好ましい。なおSiの添加量を0原子%としてもよい。上記Pの添加量は、15原子%以下であることが好ましいが、5~12原子%の範囲であることがより好ましく、7~12原子%の範囲であることが最も好ましい。特にSiのPに対する添加比率が $0 < \text{Si} / (\text{Si} + \text{P}) \leq 0.4$ を満たす場合は、Siの添加量が原子%で1.5~3.5%の範囲、Pの添加量が原子%で7~9%の範囲であることが好ましい。

【0035】また上記Cの添加量は7原子%以下である

ことが好ましく、2~7原子%の範囲であることがより好ましく、5~7原子%の範囲であることが最も好ましい。また上記の組成に、Geが4原子%以下含有されていてもよく、Nb、Mo、Hf、Ta、W、Zr及びCrのうち少なくとも1種以上が0~7原子%含有されていてもよく、0~10原子%のNiと0~30原子%のCoのうち少なくとも一方が含有されていてもよい。これらのいずれの場合の組成においても、本発明においては、過冷却液体の温度間隔 ΔT_x は、20K以上、組成によっては50K以上が得られる。

【0036】次に、本発明の圧粉磁心の製造方法を製造方法を図面を参照して説明する。本発明の圧粉磁心の製造方法は、比抵抗が $1.5 \mu\Omega \cdot \text{m}$ 以上であって、 $\Delta T_x = T_x - T_g$ （ただし T_x は結晶化開始温度、 T_g はガラス遷移温度を示す。）の式で表される過冷却液体の温度間隔 ΔT_x が20K以上の非晶質相を主相とする金属ガラス合金の粉末を製造する粉末製造工程と、前記の金属ガラス合金の粉末に絶縁材を加えて混合し、この混合物を圧縮成形して磁心前駆体を形成する成形工程と、前記磁心前駆体を、 $(T_g - 170) \text{K}$ 以上 $(T_g) \text{K}$ 以下の温度で熱処理して前記磁心前駆体の内部応力を除去する熱処理工程とからなる。

【0037】粉体製造工程では、金属ガラス合金の薄帯を粉砕、分級することにより金属ガラス合金の粉末を製造する。金属ガラス合金薄帯は、上述の組成の金属ガラス合金の溶湯を、回転する冷却ロールの冷却面に噴出させて急冷するいわゆるロール急冷法により製造される。次に、得られた金属ガラス合金薄帯を粉砕して粉末とする。粉砕には、ロータミル、ボールミル、ジェットミル、アトマイザー、摩砕機等を用いることができる。

【0038】次に、粉砕体を分級して、所定の平均粒径を有する粉末とする。粉末の平均粒径は、 $30 \mu\text{m}$ 以上、より好ましくは $45 \mu\text{m}$ 以上 $300 \mu\text{m}$ 以下の範囲がよい。平均粒径が $30 \mu\text{m}$ 未満であると、粒径が小さくなって反磁界の影響が大きくなり、圧粉磁心の飽和磁束密度及び透磁率が低くなるとともに保磁力及びコアロスが大きくなるので好ましくない。また、粉砕の際にロータミル等からのコンタミネーションが起こる可能性もあるので好ましくない。また、平均粒径が $300 \mu\text{m}$ を越えると、粉末を構成する粒子が粗くなり、絶縁材を混合して圧縮成形した際に圧粉磁心の組織中に空隙が残存するおそれがあり、圧粉磁心の保磁力が大きくなるので好ましくない。分級には、ふるい、振動ふるい、音波ふるい、気流式分級機等を用いることができる。

【0039】また、上記組成の金属ガラス合金の溶湯を、回転する冷却ロールに霧状に吹き付けることによっても、金属ガラス合金の粉末を得ることができる。この場合は、溶湯を冷却ロールに霧状に吹き付けるだけで、粉末を容易に得ることができる。このときの粉末の平均粒径の制御は、冷却ロールの回転速度、溶湯の温度、噴

10

20

30

40

50

霧条件等を適宜調整することにより制御できる。また、上記組成の金属ガラス合金の溶湯を高压ガスとともに霧状に吹き出して冷却したり、あるいは上記組成の金属ガラス合金の溶湯を水中に霧状に吹き出して冷却することによっても得ることができる。

【0040】次に上記の金属ガラス合金の粉末に上記の絶縁材を加えて混合し、この混合物を圧縮成形して磁心前駆体を形成する成形工程を行う。混合物中の絶縁材の混合率は、1重量%以上5重量%以下であることが好ましい。絶縁材の混合率が1重量%未満では、金属ガラス合金の粉末をこの絶縁材とともに所定の形状に成形できなくなるので好ましくない。また、混合率が5重量%を越えると、圧粉磁心における金属ガラス合金の含有率が低下し、圧粉磁心の軟磁気特性が低下するので好ましくない。また、圧縮成形する前に混合物に含まれる溶剤、水分等を蒸発させ、金属ガラス合金粉末の表面に絶縁材層を形成させることが望ましい。

【0041】次にこの混合物を圧縮成形して磁心前駆体を製造する。磁心前駆体の製造には、図2に示すような金型10を用いる。この金型10は、中空円筒型のダイ11と、このダイ11の中空部11aに挿入される上パンチ12および下パンチ13からなる。上パンチ12の下面には円柱状の突起12aが設けられており、これら上パンチ12、下パンチ13及びダイ11が一体化して、金型10の内部に円環状の型が形成される。そしてこの金型10に上述の混合物を充填する。

【0042】次に、金型10に充填された金属ガラス合金の粉末と絶縁材からなる混合物を、一軸圧力を印加しつつ所定の温度まで加熱して圧縮成形する。図3には、圧縮成形する際に用いて好適な放電プラズマ焼結装置の一例の要部を示す。この例の放電プラズマ焼結装置は、混合物を充填した金型10と、金型10の下パンチ13を支え、後述するパルス電流を流す際の一方の電極ともなるパンチ電極14と、金型10の上パンチ12を下側に押圧し、パルス電流を流す他方の電極となるパンチ電極15と、金型10内の混合物の温度を測定する熱電対17を主体として構成されている。そして、この放電プラズマ焼結装置は、チャンバ18内に収納されており、このチャンバ18は図示略の真空排気装置および雰囲気ガスの供給装置に接続されていて、金型10に充填される混合物を不活性ガス雰囲気などの所望の雰囲気下に保持できるように構成されている。なお、図3では通電装置が省略されているが、上下のパンチ12、13およびパンチ電極14、15には別途設けた通電装置が接続されていてこの通電装置からパルス電流をパンチ12、13およびパンチ電極14、15を介して通電できるように構成されている。

【0043】そして、金属ガラス合金の粉末と絶縁材とを含む混合物が充填された金型10を放電プラズマ焼結装置に設置し、チャンバ18の内部を真空引きすると

もに、パンチ12、13で上下から一軸圧力Pを混合物に印加すると同時に、パルス電流を印加して混合物を加熱しつつ圧縮成形する。この放電プラズマ焼結処理においては、通電電流により混合物を所定の速度で素早く昇温することができ、圧縮成形の時間を短くすることができるので、金属ガラス合金の非品質相を維持したまま圧縮成形するのに適している。

【0044】本発明において、混合物を圧縮成形する際の温度は、絶縁材の種類と金属ガラス合金の組成によって異なるが、絶縁材として水ガラス、金属ガラス合金として $\text{Fe}_{70}\text{Al}_{15}\text{Ga}_2\text{P}_9\text{.65C}_{5.75}\text{B}_{4.6}\text{Si}_3$ なる組成のものを用いた場合には、絶縁材によって金属ガラス合金を結着させるために373K(100℃)以上とすることが必要であり、また絶縁材が溶融して金型10からしみ出さないようにするには573K(300℃)以下とすることが必要である。絶縁材がしみ出ると、圧粉磁心中の絶縁材の含有量が低下して圧粉磁心の比抵抗が低下し、高周波帯域における透磁率が低下してしまう。100℃以上300℃以下の温度範囲で混合物を圧縮成形すれば、絶縁材が適度に軟化するので、金属ガラス合金の粉末を結着させて混合物を所定の形状に成形することができる。

【0045】また圧縮成形の際に混合物に印加する一軸圧力Pについては、圧力が低すぎると圧粉磁心の密度を高くすることができず、緻密な圧粉磁心を形成できなくなる。また、圧力が高すぎると絶縁材がしみ出し、圧粉磁心中の絶縁材の含有量が低下して圧粉磁心の比抵抗が低下し、高周波帯域における透磁率が低下してしまう。従って一軸圧力Pは、絶縁材の種類と金属ガラス合金の組成によって異なるが、絶縁材として水ガラス、金属ガラス合金として $\text{Fe}_{70}\text{Al}_{15}\text{Ga}_2\text{P}_9\text{.65C}_{5.75}\text{B}_{4.6}\text{Si}_3$ なる組成のものを用いた場合には、600MPa以上1500MPa以下とするのが好ましく、600MPa以上900MPa以下とするのがより好ましい。このようにして円環状の磁心前駆体が得られる。

【0046】次に上記の磁心前駆体を熱処理して磁心前駆体の内部応力を除去する熱処理工程を行う。磁心前駆体を所定の温度範囲で熱処理すると、粉末製造工程や成形工程にて生じた磁心前駆体自体の内部応力や、磁心前駆体に含まれる金属ガラス合金粉末の内部応力を除去ことができ、保磁力が低い圧粉磁心を製造することができる。熱処理の温度は、 $(T_g - 170)\text{K}$ 以上 (T_g) K以下の範囲が好ましく、 $(T_g - 170)\text{K}$ 以上 $(T_g - 50)\text{K}$ 以下の範囲がより好ましく、 $(T_g - 150)\text{K}$ 以上 $(T_g - 50)\text{K}$ 以下の範囲がさらに好ましく、 $(T_g - 120)\text{K}$ 以上 $(T_g - 60)\text{K}$ 以下の範囲が最も好ましい。

【0047】磁心前駆体を $(T_g - 170)\text{K}$ 以上 $(T_g - 50)\text{K}$ 以下の温度範囲で熱処理すると、例えば保

11

磁力が 100 A/m 以下の圧粉磁心を製造することができ、 $(T_g - 150)\text{ K}$ 以上 $(T_g - 50)\text{ K}$ 以下の温度で熱処理すると、例えば保磁力が 80 A/m 以下の圧粉磁心を得ることができ、更に前記磁心前駆体を $(T_g - 120)\text{ K}$ 以上 $(T_g - 60)\text{ K}$ 以下の温度で熱処理すると、例えば保磁力が 40 A/m 以下の圧粉磁心を得ることができる。

【0048】熱処理温度が $(T_g - 170)\text{ K}$ 未満では、磁心前駆体の内部応力を十分に除去することができないので好ましくなく、 (T_g) を越えると、金属ガラス合金が結晶化し、保磁力が大きくなってしまふので好ましくない。

【0049】例えば、 $\text{Fe}_{70}\text{Al}_{15}\text{Ga}_2\text{P}_9.65\text{C}_{5.75}\text{B}_{4.6}\text{Si}_3$ なる組成の金属ガラス合金の場合には、熱処理温度を 573 K (300°C) \sim 723 K (450°C) の範囲とすることが好ましく、 573 K (300°C) \sim 673 K (400°C) の範囲とすることがより好ましく、 593 K (320°C) \sim 673 K (400°C) の範囲とすることがさらに好ましく、 623 K (350°C) \sim 663 K (390°C) の範囲とすることが最も好ましい。このように熱処理することにより、本発明の円環状の圧粉磁心が得られる。

【0050】このようにして得られた圧粉磁心は、金属ガラス合金を含むものであるから、室温で優れた軟磁性特性を有し、また熱処理によってより良好な軟磁気特性を示すものである。このため、優れたSoft magnetic特性(軟磁気特性)を有する材料として、この圧粉磁心を種々の磁気素子の磁心として適用することができ、従来材に比べて優れた軟磁気特性を有する磁心を得ることができる。

【0051】尚、上記説明では、金属ガラス合金の粉末と絶縁材を含む混合物を放電プラズマ焼結装置により圧縮成形する方法を用いたが、これに限らず、ホットプレス法、押し出し法などの方法により圧縮成形することによっても本発明の圧粉磁心を得ることができる。

【0052】また、上記説明では、金型を用いて円環状の圧粉磁心を製造する方法を説明したが、これに限られず、バルク状の成形体を製造し、これを切削加工して、円環状、棒状、平面視略E字状、平面視略コ字状等の形状に切り出すことにより種々の形状の圧粉磁心を製造しても良い。

【0053】上記の圧粉磁心によれば、前記金属ガラス合金の粉末と前記絶縁材とが混合されて成形されているので、絶縁材によって圧粉磁心全体の比抵抗を高くすることができ、過電流損失を低減して圧粉磁心のコアロスを抑えることが可能になるとともに、高周波数帯での透磁率の低下を抑制することができる。また上記の圧粉磁心によれば、比抵抗が $1.5\mu\Omega\cdot\text{m}$ 以上の金属ガラス合金を用いているので、高周波における金属ガラス合金粒子内の過電流損失が低減され、よりコアロスが低い

12

圧粉磁心を構成することが可能になる。

【0054】また上記の圧粉磁心の製造方法によれば、磁心前駆体を $(T_g - 170)\text{ K}$ 以上 (T_g) K以下の温度範囲で熱処理するため、粉末製造工程や成形工程にて生じた金属ガラス合金または磁心前駆体の内部応力を除去するとともに金属ガラス合金の結晶化を防ぐことができ、保磁力が低い圧粉磁心を製造することができる。

【0055】

【実施例】Fe、Al及びGaと、Fe-C合金、Fe-P合金、B及びSiを原料としてそれぞれ所定量秤量し、減圧Ar雰囲気下においてこれらの原料を高周波誘導加熱装置で溶解し、 $\text{Fe}_{70}\text{Al}_{15}\text{Ga}_2\text{P}_9.65\text{C}_{5.75}\text{B}_{4.6}\text{Si}_3$ なる組成のインゴットを作製した。このインゴットをるつぼ内に入れて溶解し、減圧Ar雰囲気下でるつぼのノズルから回転しているロールに溶湯を吹き出して急冷する単ロール法により、幅 15 mm 、厚さ $20\mu\text{m}$ の非晶質相組織の金属ガラス合金の薄帯を得た。これをロータールミルを用いて大気中で粉碎し、 $45\sim 300\mu\text{m}$ の範囲の粒径のものをふるいで分級し、これを金属ガラス合金の粉末とした。

【0056】次に、金属ガラス合金粉末97重量部に対し、絶縁材としてステアリン酸カルシウム1重量部と水ガラス2重量部とを混合して混合物とした。この混合物を大気中 200°C で1時間乾燥して解砕した。この混合物をWC製の金型に充填した後、図3に示す放電プラズマ焼結装置を用い、チャンバの内部を $6.6\times 10^{-3}\text{ Pa}$ の減圧雰囲気とし、上下のパンチ12、13で混合物を成形圧力 P_f 600 、 900 、 1200 、 1500 MPa まで加圧するとともに、通電装置からパルス電流を通電して混合物を室温 (298 K (25°C)) から 373 K (100°C)、 473 K (200°C)、 573 K (300°C) の成形温度 T_f まで加熱した。そして、混合物に前記の成形圧力 P_f を印加したままで前記の成形温度 T_f を約8分間保持することにより圧縮成形を行った。そして、 430°C (703 K) で 3600 秒間熱処理して、圧粉磁心を製造した。この圧粉磁心の形状は、外径 12 mm 、内径 6 mm 、厚さ 2 mm の円環状であった。

【0057】(金属ガラス合金の粉末の物性) 図4には、 $\text{Fe}_{70}\text{Al}_{15}\text{Ga}_2\text{P}_9.65\text{C}_{5.75}\text{B}_{4.6}\text{Si}_3$ なる組成の金属ガラス合金の薄帯及び粉末のX線回折測定の結果を示す。図4から明らかなように、金属ガラス合金の薄帯及び粉末のX線回折パターンは、いずれもブロードなパターンを示しており、いずれも非晶質相を主体とする組織を有していることがわかる。このように薄帯を粉碎して金属ガラス合金の粉末を形成しても、結晶質相が析出することなく非晶質状態が維持されていることが判る。

【0058】図5には、上記の組成の金属ガラス合金の薄帯及び粉末のDSC曲線(Differential

10

20

30

40

50

scanning calorimeter: 示差走査熱量測定による曲線(測定時の昇温速度: 40 K/分)を示す。図5から、金属ガラス合金の薄帯については、 $T_x = 805\text{ K}$ (532°C)、 $T_g = 745\text{ K}$ (472°C)、 $\Delta T_x = 60\text{ K}$ が求められる。また、金属ガラス合金の粉末については、 $T_x = 805\text{ K}$ (532°C)、 $T_g = 745\text{ K}$ (472°C)、 $\Delta T_x = 60\text{ K}$ が求められる。このように、金属ガラス合金薄帯及び粉末には結晶化温度 T_x 以下の広い温度領域で過冷却液体域が存在し、 $\Delta T_x = T_x - T_g$ で示される値が大き

く、この系の組成の合金が高いアモルファス形成能と高い熱的安定性を有することがわかる。
【0059】(磁気特性の成形温度 T_f 依存性)次に、図6～図9には、熱処理前の圧粉磁心と熱処理後の圧粉磁心の、飽和磁束密度($B_{2.4\text{ k}}$)、保磁力(H_c)、透磁率(μ')及びコアロス(W)の成形温度 T_f 依存性をそれぞれ示す。なお、図6～図9においては、成形圧力 P_f を 1500 MPa とし、熱処理を 430°C で 3600 秒間加熱する条件で行った。また、図6に示す飽和磁束密度($B_{2.4\text{ k}}$)は印加磁界 2.4 k A/m における飽和磁束密度であり、図8に示す透磁率(μ')は 1 kHz における透磁率であり、図9に示すコアロス(W)は周波数 100 kHz 、磁束密度 $B_m 0.1\text{ T}$ の条件で測定したものである。

【0060】図6に示すように、成形温度 T_f に係わらず、熱処理によって飽和磁束密度($B_{2.4\text{ k}}$)が高くなっていることが分かる。また、熱処理後の圧粉磁心については、成形温度 T_f が 473 K (200°C)を越えると、飽和磁束密度($B_{2.4\text{ k}}$)が大幅に高くなることが分かる。また図7に示すように、成形温度 T_f に係わらず、熱処理によって保磁力(H_c)が低下していることが分かる。また、熱処理後の圧粉磁心については、 373 K (100°C)～ 473 K (200°C)の範囲で保磁力(H_c)が極大を示している。

【0061】また図8に示すように、成形温度 T_f に係わらず、熱処理によって透磁率(μ')が高くなっていることが分かる。また、熱処理後の圧粉磁心は、成形温度 T_f が 473 K (200°C)を越えると、透磁率(μ')が大幅に高くなることが分かる。また図9に示すように、熱処理によってコアロス(W)が低下していることが分かる。また、熱処理後の圧粉磁心は、 373 K (100°C)～ 473 K (200°C)の範囲でコアロス(W)が極大を示している。

【0062】飽和磁束密度($B_{2.4\text{ k}}$)及び透磁率(μ')が 473 K (200°C)を越えてから増大するのは、絶縁材であるステアリン酸カルシウムと水ガラスが溶融し、圧粉磁心がより緻密に圧縮成形されたためと推定される。また、保磁力(H_c)及びコアロス(W)が 373 K (100°C)～ 473 K (200°C)の範囲で極大を示すのは、成形密度と内部応力の影響によるも

のと考えられる。

【0063】また図10には、透磁率(μ')の周波数(f)特性の成形温度 T_f 依存性を示す。なお、図中、▲黒四角▼、●、▲、◆は熱処理前の圧粉磁心を示し、□、○、△、◇は熱処理後の圧粉磁心を示す。なお、図10において、成形圧力 P_f は 1500 MPa とし、熱処理は 430°C で 3600 秒間加熱する条件とした。

【0064】図10から明らかなように、熱処理によって透磁率(μ')が高くなっている。また、成形温度 T_f が 298 K (25°C)～ 473 K (200°C)の範囲では、 $0.2\sim 10000\text{ kHz}$ の広い周波数帯域において透磁率(μ')が一定になっている。成形温度 T_f が 573 K (300°C)の場合では、透磁率(μ')自体が高いものの、 1000 kHz を越えたあたりから透磁率(μ')が低下している。これは、成形温度 T_f が高いため圧粉磁心の密度が高くなり、圧粉磁心の比抵抗が低下して渦電流損が生じ、これにより透磁率(μ')が低下したためと考えられる。

【0065】更に、図11の上段には、透磁率(μ')の励磁磁界(H)特性の成形温度 T_f 依存性を示す。また、図11の下段には、 200 A/m の励磁磁界(H)における透磁率(μ')を基準としたときの、透磁率の変化率($\Delta\mu'$)を示す。なお、図11における比較例1は、カーボニル鉄粉を用いた圧粉磁心の結果である。なお、図11において、成形圧力 P_f は 900 MPa とし、励磁磁界(H)の周波数は 100 kHz とした。図11に示すように、いずれの圧粉磁心についても、比較例1の圧粉磁心よりも透磁率(μ')が高く、かつ励磁磁界に対して変化が小さくなっていることがわかる。

【0066】(磁気特性の成形圧力 P_f 依存性)次に、図12～図15には、熱処理前後の圧粉磁心の、飽和磁束密度($B_{2.4\text{ k}}$)、保磁力(H_c)、透磁率(μ')及びコアロス(W)の成形圧力 P_f 依存性をそれぞれ示す。なお、図12～図15において、成形温度 T_f は 573 K (300°C)とし、熱処理は 430°C で 3600 秒間加熱する条件で行った。また、図12に示す飽和磁束密度($B_{2.4\text{ k}}$)は印加磁界 2.4 k A/m における飽和磁束密度であり、図14に示す透磁率(μ')は 1 kHz における透磁率であり、図15に示すコアロス(W)は周波数 100 kHz 、磁束密度 $B_m 0.1\text{ T}$ の条件で測定したものである。

【0067】図12に示すように、成形温度 T_f に係わらず、熱処理によって飽和磁束密度($B_{2.4\text{ k}}$)が高くなっている。また、熱処理後の圧粉磁心は、成形圧力 $P_f 900\text{ MPa}$ において飽和磁束密度($B_{2.4\text{ k}}$)が極小を示し、成形圧力 P_f の増加につれて飽和磁束密度($B_{2.4\text{ k}}$)は増加している。また図13に示すように、成形圧力 P_f に係わらず、熱処理によって保磁力(H_c)が低下している。また、熱処理後の圧粉磁心では、保磁力(H_c)の成形圧力 P_f 依存性が見られな

10

20

30

40

50

った。

【0068】また図14に示すように、成形温度 T_f に係わらず、熱処理によって透磁率(μ')が高くなっている。また、熱処理後の圧粉磁心は、成形圧力 P_f 900 MPaにおいて透磁率(μ')が極小を示し、成形圧力 P_f の増加につれて透磁率(μ')が増加している。また図15に示すように、成形圧力 P_f に係わらず、熱処理によってコアロス(W)が低下している。また、熱処理後の圧粉磁心では、コアロス(W)の成形圧力 P_f 依存性が見られなかった。

【0069】図16には、透磁率(μ')の周波数(f)特性に対する成形圧力 P_f の依存性を示す。なお、図中、▲黒四角▼、●、▲、◆は熱処理前の圧粉磁心を示し、□、○、△、◇は熱処理後の圧粉磁心を示す。なお、図16において、成形温度 T_f を573 K(300℃)とし、熱処理を430℃で3600秒間加熱する条件で行った。

【0070】図16から明らかなように、熱処理によって透磁率(μ')が高くなることが分かる。また、成形圧力 P_f が600~900 MPaの範囲では、0.3~10000 kHzの広い周波数帯域において透磁率(μ')が一定になっていることがわかる。成形圧力 P_f が1200 MPa以上では、1000 kHzを越えたあたりから透磁率(μ')の低下が目立つようになる。これは、成形圧力 P_f が高いため圧粉磁心の密度が高くなり、圧粉磁心の比抵抗が低下して渦電流損が生じ、これにより透磁率(μ')が低下したためと考えられる。

【0071】以上より、1000 kHzまで透磁率(μ')が一定な圧粉磁心を得るためには、図8、図10、図14及び図16から、成形温度 T_f を573 K(300℃)とし、成形圧力 P_f を600~900 MPaの範囲とすることが良いことが判る。また、100 kHzにおけるコアロス(W)が700 kW/m³以下となる圧粉磁心を得るためには、図9及び図15から、成形温度 T_f を573 K(300℃)とし、成形圧力 P_f を600~900 MPaの範囲とすることが良いことが判る。

【0072】(金属ガラス合金の粉末の粒径に対する磁気特性の依存性)次に、金属ガラス合金の粉末の粒径に対する磁気特性の依存性を調査した。金属ガラス合金の粉末を、45~150 μ mの標準ふるいと150~300 μ mの標準ふるいを用いて分級し、45 μ m未満、45 μ m以上150 μ m以下、150 μ mを越えるものの3つに区分した。それぞれの粉末について、成形温度 T_f 573 K(300℃)、成形圧力 P_f 900 MPaの条件で圧縮成形し、圧粉磁心を製造した。金属ガラス合金の組成、絶縁材の種類、配合比率等の製造条件は、先に説明した場合と同様とした。

【0073】図17~図20には、熱処理前後の圧粉磁心の、飽和磁束密度($B_{2.4k}$)、保磁力(H_c)、

透磁率(μ')及びコアロス(W)の、金属ガラス合金の粉末の粒径 D_p 依存性をそれぞれ示す。また、図17に示す飽和磁束密度($B_{2.4k}$)は印加磁界2.4 kA/mにおける飽和磁束密度であり、図19に示す透磁率(μ')は1 kHzにおける透磁率であり、図20に示すコアロス(W)は周波数100 kHz、磁束密度 B_m 0.1 Tの条件で測定したものである。

【0074】図17に示すように熱処理後の圧粉磁心は、粒径が大きくなるにつれて、飽和磁束密度($B_{2.4k}$)が高くなっている。また図18に示すように熱処理後の圧粉磁心は、粒径が大きくなるにつれて、保磁力(H_c)が低くなっている。また図19に示すように熱処理後の圧粉磁心は、粒径の増加に伴って透磁率(μ')が高くなっている。更に図20に示すように熱処理後の圧粉磁心は、粒径の増加に伴ってコアロス(W)が小さくなっている。

【0075】以上のように、金属ガラス合金の粉末の粒径の増加にともなって各磁気特性が良好になるのは、粉末の形状が大きくなるにつれて反磁界の影響が小さくなるためであると推定される。しかしながら粉末の粒径が300 μ mを越えると、粉末の充填密度が低下し、磁気特性が劣化する傾向が見られた。従って金属ガラス合金の粉末の粒径が45~300 μ mの範囲であれば、特に優れた磁気特性を有する圧粉磁心が得られることがわかる。

【0076】(磁気特性の熱処理温度依存性)次に、図21及び図22には、圧粉磁心の、保磁力(H_c)及びコアロス(W)の熱処理温度依存性をそれぞれ示す。なお、図21及び図22において、成形温度 T_f は573 K(300℃)とし、成形圧力 P_f は900 MPaとした。また、熱処理時間はいずれの温度の場合にも3600秒とした。また、図22に示すコアロス(W)は周波数100 kHz、磁束密度 B_m 0.1 Tの条件で測定したものである。

【0077】図21に示すように、圧粉磁心の保磁力(H_c)は、熱処理温度が573 K(300℃)を過ぎたあたりから減少し、673 K(400℃)で極小となり、これより高温側では急激に増加していることが分かる。図21より、保磁力(H_c)を100 A/m以下とするには、熱処理温度を573 K(300℃)以上693 K(420℃)以下とするのがよく、保磁力(H_c)を80 A/m以下とするには、熱処理温度を593 K(320℃)以上693 K(420℃)以下とするのがよく、保磁力(H_c)を40 A/m以下とするには、熱処理温度を623 K(350℃)以上683 K(410℃)以下とするのがよいことがわかる。

【0078】この金属ガラス合金のガラス遷移温度 T_g が743 K(470℃)程度であることから、この T_g との関係で上述の熱処理温度の好ましい範囲を求めると、($T_g - 170$) K以上($T_g - 50$) K以下の範

10

20

30

40

50

囲が好ましく、($T_g - 150$) K以上($T_g - 50$) K以下の範囲がより好ましく、($T_g - 120$) K以上($T_g - 60$) K以下の範囲が最も好ましいといえる。

【0079】図22に示すコアロス(W)も保磁力(Hc)と同様な挙動を示し、熱処理温度が573K(300℃)を過ぎたあたりから減少し、673K(400℃)で極小となり、これより高温側では急激に増加していることが分かる。

【0080】なお、熱処理温度が673K(400℃)になるまで保磁力(Hc)及びコアロス(W)が減少したのは、熱処理によって圧粉磁心内部の応力が除去されたためであり、熱処理温度が673K(400℃)を越えてから保磁力(Hc)及びコアロス(W)が増大したのは、金属ガラス合金の組織中に結晶質相が析出したためと考えられる。

【0081】(コアロスの温度特性)図23に、圧粉磁心のコアロス(W)の温度特性を示す。図23に示すコアロス(W)は、周波数50kHz、磁束密度Bm0.1Tの条件で測定した。実験例1は、本発明に係るFe70Al5Ga2P9.65C5.75B4.6Si3なる組成の金属ガラス合金粉末と絶縁材を、300℃、1500MPaで480秒間圧縮成形し、430℃で熱処理してえられた圧粉磁心である。また実験例2は、本発明に係るFe70Al5Ga2P9.65C5.75B4.6Si3なる組成の金属ガラス合金粉末と絶縁材を、300℃、600MPaで480秒間圧縮成形し、430℃で熱処理して得られた圧粉磁心である。尚、実験例1~2においては、各合金の粉末9重量部に対し、絶縁材としてステアリン酸カルシウム1重量部と水ガラス2重量部とを混合し、これを圧縮成形した。

【0082】実施例3~5は、Fe-Al-Si合金を用いた圧粉磁心である。

【0083】図23に示すように、本発明に係る実験例1及び実験例2の圧粉磁心は、雰囲気温度Tが高くなってもコアロス(W)が高くなることなく、コアロスの温度特性に優れていることが判る。一方、実験例3~5の圧粉磁心は、雰囲気温度Tの上昇とともにコアロス(W)が高くなり、温度特性が実験例1、2よりも劣ることが判る。実験例3~5のようなコアロスの温度特性を示す圧粉磁心においては、実際の使用において自己発熱により磁心の温度が上昇し、コアロスが増大し、更に自己発熱を生じるといふ熱暴走サイクルに陥る危険性がある。一方、本発明に係る実験例1及び実験例2の圧粉磁心においては、雰囲気温度20~100℃の間のコアロスの変化率が±20%以内であり、熱暴走に陥る危険性は小さい。

【0084】(透磁率の周波数(f)特性)図24には、透磁率(μ')の周波数(f)特性を示す。実験例6は、本発明に係るFe70Al5Ga2P9.65C5.75B4.6Si3なる組成の金属ガラス合金粉末

と絶縁材を、300℃、900MPaで480秒間圧縮成形し、430℃で熱処理して得られた圧粉磁心である。

【0085】実験例7は、Fe-Si-B系アモルファス合金薄帯を巻回してギャップを設けた磁心である。実験例8は、Moパーマロイ粉末を用いた圧粉磁心である。実験例9は、Fe-Al-Si系合金粉末を用いた圧粉磁心である。

【0086】図24に示すように、本発明に係る実験例6の圧粉磁心は、実験例7~10の各磁心と同様に、1000kHz以上の高周波数帯域において透磁率(μ')の低下が見られず、透磁率(μ')の周波数(f)特性に優れていることが判る。

【0087】(コアロスの周波数(f)特性)図25には、コアロス(W)の周波数(f)特性を示す。図25における実験例6~実験例10は、図24における実験例6~実験例10の磁心と同じものである。

【0088】図25に示すように、本発明に係る実験例6の圧粉磁心は、100kHzの高周波において実験例7~9の各磁心よりも低いコアロスを示す。これは、本発明の圧粉磁心においては、金属ガラス合金粉末と絶縁材を混合することによって圧粉磁心自体の比抵抗が高くなっているのに加えて、金属ガラス合金粉末の比抵抗が1.5 $\mu\Omega\cdot m$ 以上と従来の磁性材料に比べて高いため、金属ガラス合金粒子内に発生する過電流損失が低減されるためであると考えられる。また、本発明に係る実験例6の圧粉磁心は、10kHz付近においても実験例7~9の磁心よりも低いコアロスを示す。これは、本発明の圧粉磁心が過冷却液体の温度間隔 ΔT_g が20K以上の金属ガラス合金を用いており、金属ガラス合金が優れた軟磁気特性を有していることに加え、熱処理により圧縮成形時の応力が十分に緩和され、低い保磁力が得られたためと考えられる。このように本発明に係る圧粉磁心は、10~100kHzの周波数において実験例7~9の磁心よりも低いコアロスを示し、低周波から高周波までコアロスに優れていることが判る。

【0089】

【発明の効果】以上、詳細に説明したように、本発明の圧粉磁心は、金属ガラス合金の粉末と絶縁材とが混合されて成形されているので、絶縁材によって圧粉磁心全体の比抵抗を高くすることができ、過電流損失を低減して圧粉磁心のコアロスを低くすることが可能になるとともに、高周波数帯での透磁率の低下を抑制することができる。また本発明の圧粉磁心によれば、比抵抗が1.5 $\mu\Omega\cdot m$ 以上の金属ガラス合金を用いているので、高周波における金属ガラス合金粒子内の過電流損失が低減され、よりコアロスが低い圧粉磁心を構成することができる。

【0090】また本発明の圧粉磁心の製造方法によれば、磁心前駆体を($T_g - 170$) K以上(T_g) K以

10

20

30

40

50

下の温度範囲で熱処理するため、粉末製造工程や成形工程にて生じた金属ガラス合金または磁心前駆体の内部応力を除去するとともに金属ガラス合金の結晶化を防ぐことができ、保磁力が低い圧粉磁心を製造できる。

【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明の圧粉磁心の一例を示す斜視図である。

【図2】 本発明の圧粉磁心を製造する際に用いる金型の一例を示す分解斜視図である。

【図3】 本発明の圧粉磁心を製造する際に用いる放電プラズマ焼結装置の要部の模式図である。

【図4】 $\text{Fe}_{70}\text{Al}_{15}\text{Ga}_2\text{P}_9$ 、 $65\text{C}5.75\text{B}4.6\text{Si}_3$ なる組成の金属ガラス合金薄帯及び粉末のX線回折結果を示す図である。

【図5】 $\text{Fe}_{70}\text{Al}_{15}\text{Ga}_2\text{P}_9$ 、 $65\text{C}5.75\text{B}4.6\text{Si}_3$ なる組成の金属ガラス合金薄帯及び粉末のDSC曲線を示す図である。

【図6】 本発明の圧粉磁心の飽和磁束密度 ($B_{2.4k}$) の成形温度 T_f 依存性を示すグラフである。

【図7】 本発明の圧粉磁心の保磁力 (H_c) の成形温度 T_f 依存性を示すグラフである、

【図8】 本発明の圧粉磁心の透磁率 (μ') の成形温度 T_f 依存性を示すグラフである。

【図9】 本発明の圧粉磁心のコアロス (W) の成形温度 T_f 依存性を示すグラフである。

【図10】 本発明の圧粉磁心の透磁率 (μ') の周波数 (f) 特性の成形温度 T_f 依存性を示すグラフである。

【図11】 本発明の圧粉磁心の透磁率 (μ') の励磁磁界 (H) 特性の成形温度 T_f 依存性を示すグラフである。

【図12】 本発明の圧粉磁心の飽和磁束密度 (B

$2.4k$) の成形圧力 P_f 依存性を示すグラフである。

【図13】 本発明の圧粉磁心の保磁力 (H_c) の成形圧力 P_f 依存性を示すグラフである、

【図14】 本発明の圧粉磁心の透磁率 (μ') の成形圧力 P_f 依存性を示すグラフである。

【図15】 本発明の圧粉磁心のコアロス (W) の成形圧力 P_f 依存性を示すグラフである。

【図16】 本発明の圧粉磁心の透磁率 (μ') の周波数 (f) 特性の成形圧力 P_f 依存性を示すグラフである。

【図17】 本発明の圧粉磁心の飽和磁束密度 ($B_{2.4k}$) の金属ガラス合金粉末粒径 D_p 依存性を示すグラフである。

【図18】 本発明の圧粉磁心の保磁力 (H_c) の金属ガラス合金粉末粒径 D_p 依存性を示すグラフである、

【図19】 本発明の圧粉磁心の透磁率 (μ') の金属ガラス合金粉末粒径 D_p 依存性を示すグラフである。

【図20】 本発明の圧粉磁心のコアロス (W) の金属ガラス合金粉末粒径 D_p 依存性を示すグラフである。

【図21】 本発明の圧粉磁心の保磁力 (H_c) の熱処理温度依存性を示すグラフである、

【図22】 本発明の圧粉磁心のコアロス (W) の熱処理温度依存性を示すグラフである。

【図23】 本発明の圧粉磁心のコアロス (W) の温度特性を示すグラフである。

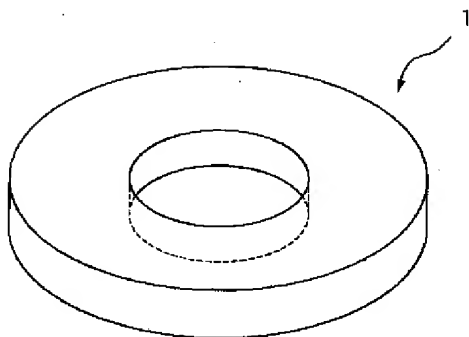
【図24】 本発明の圧粉磁心の透磁率 (μ') の周波数 (f) 特性を示すグラフである。

【図25】 本発明の圧粉磁心のコアロス (W) の周波数 (f) 特性を示すグラフである。

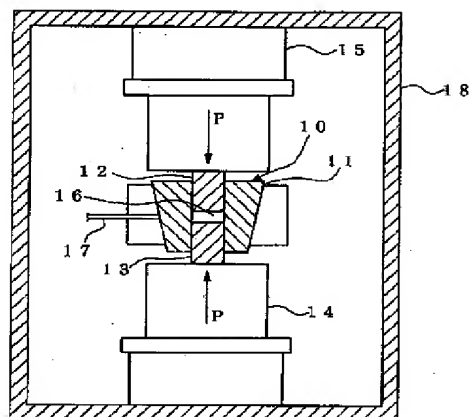
【符号の説明】

1 圧粉磁心

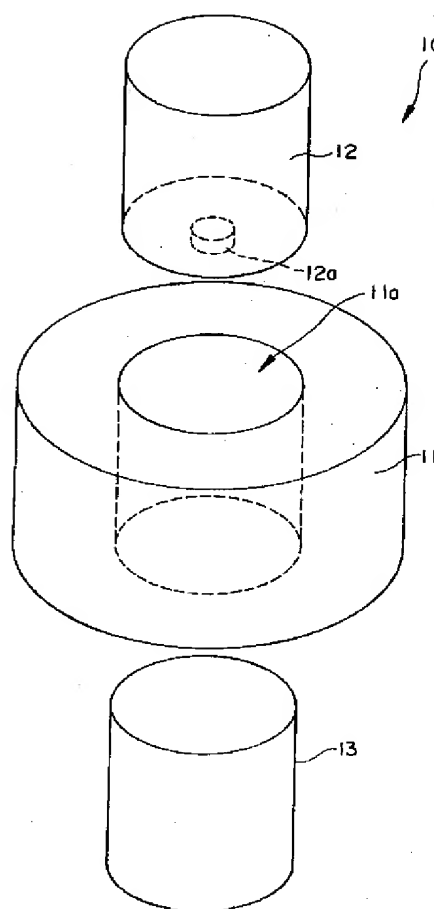
【図1】



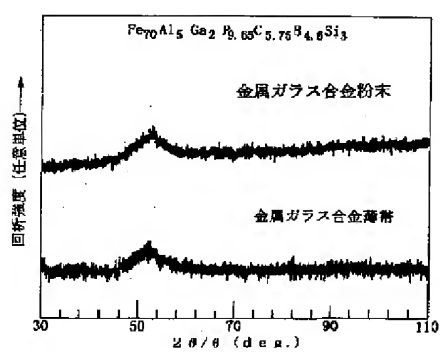
【図3】



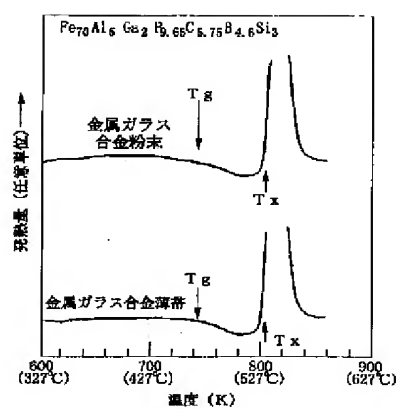
【図2】



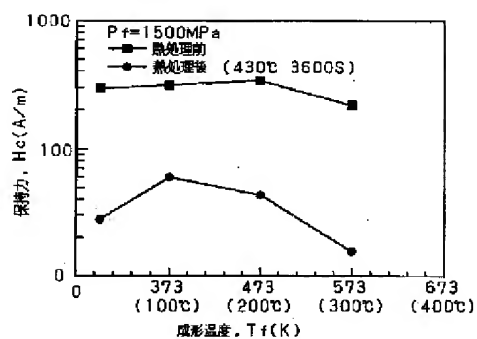
【図4】



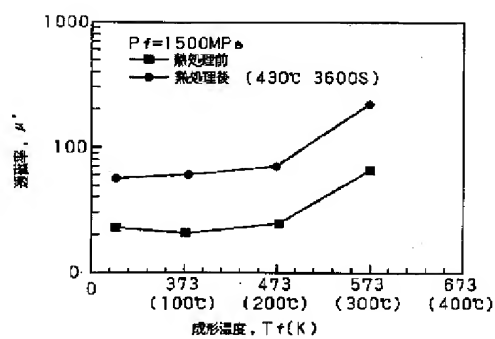
【図5】



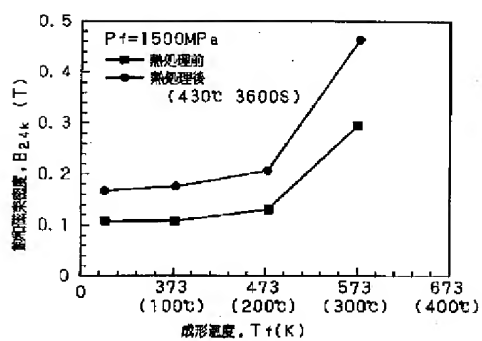
【図7】



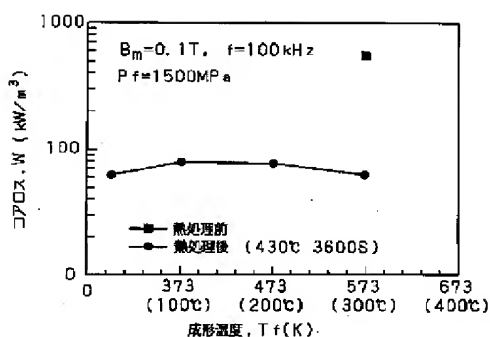
【図8】



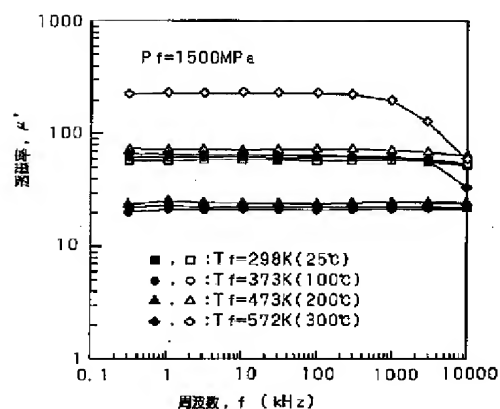
【図6】



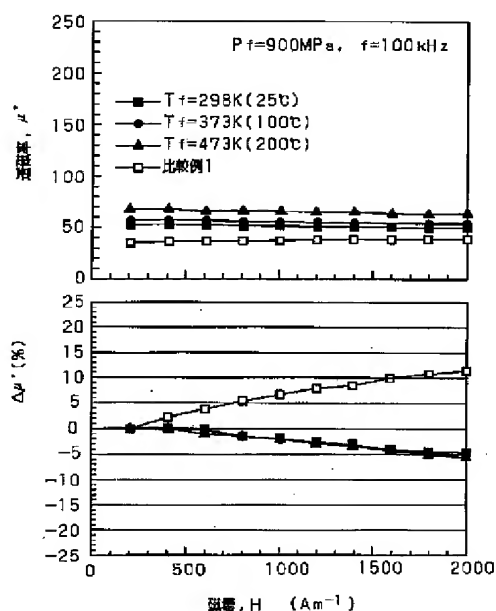
【図9】



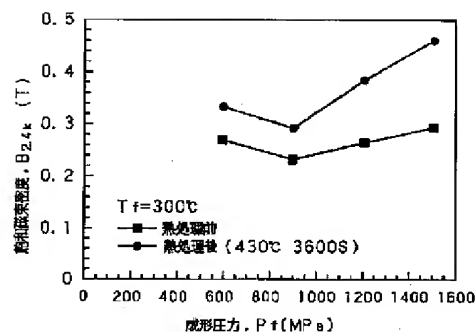
【図10】



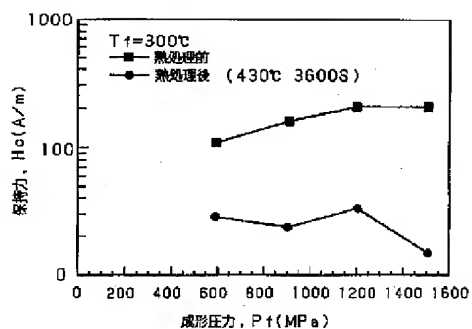
【図11】



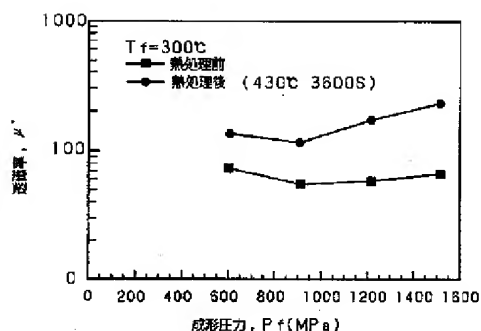
【図12】



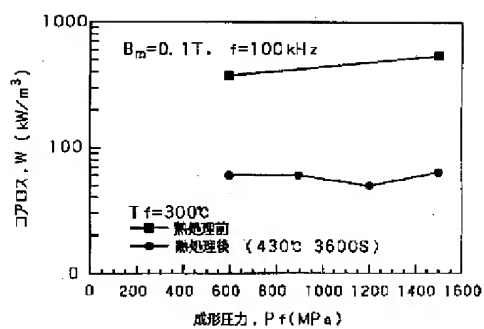
【図13】



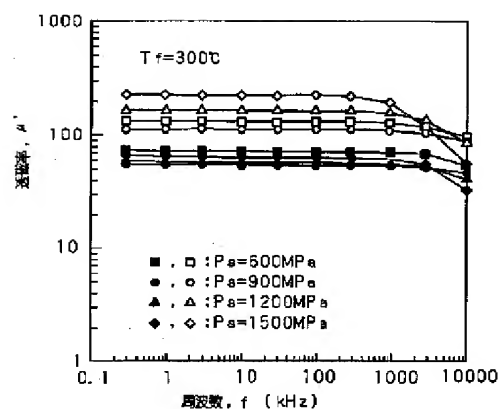
【図14】



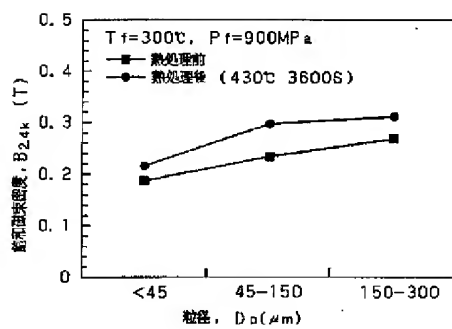
【図15】



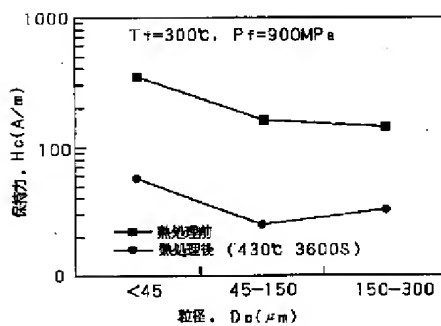
【図16】



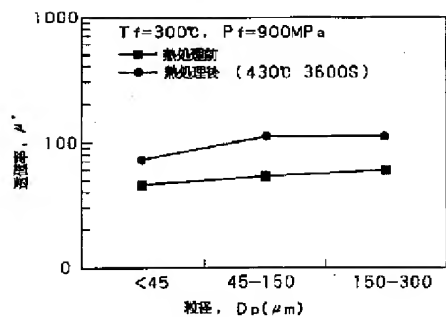
【図17】



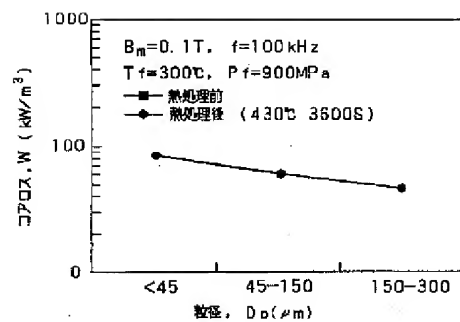
【図18】



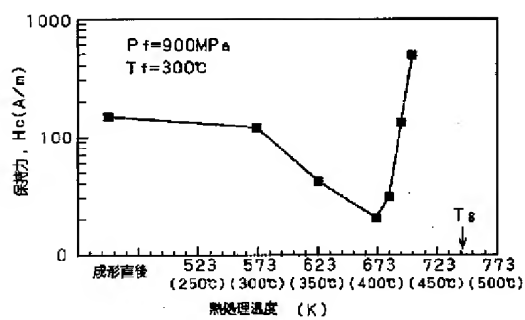
【図19】



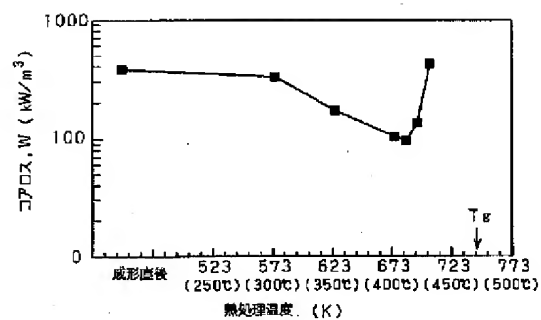
【図20】



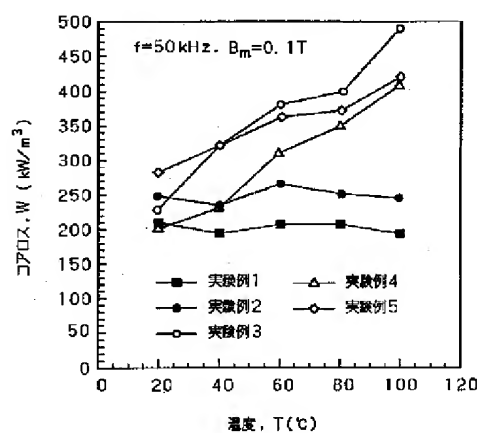
【図21】



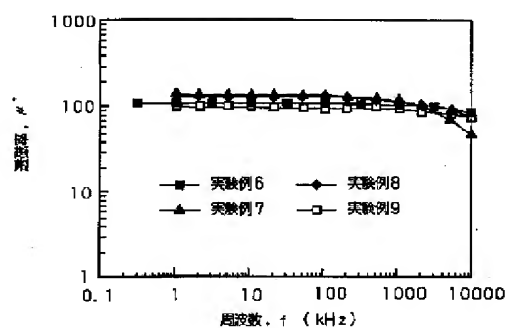
【図22】



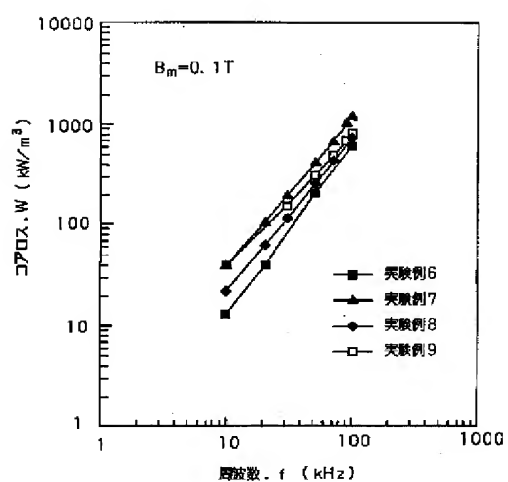
【図23】



【図24】



【図25】



フロントページの続き

(72)発明者 畑内 隆史
東京都大田区雪谷大塚町 1 番 7 号 アルプ
ス電気株式会 社内

(72)発明者 井上 明久
宮城県仙台市青葉区川内元支倉35番地 川
内住宅11 -806
Fターム(参考) 5E041 AA04 AA11 AA19 BB01 BB05
HB05 HB11 HB17 NN01 NN12
NN15 NN18